

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公表特許公報 (A)

(11)特許出願公表番号

特表平6-507426

第3部門第2区分

(43)公表日 平成6年(1994)8月25日

(51)Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I
A 6 1 K 7/02	Z	9164-4C	
7/00	J	9164-4C	
7/32		7252-4C	

審査請求	未請求	予備審査請求	未請求(全 10 頁)
(21)出願番号	特願平5-515392	(71)出願人	ロレアル フランス国. エフ-75008・パリ. リュ・ロイアル. 14
(86)(22)出願日	平成5年(1993)3月5日	(72)発明者	メルル, ミリアム フランス国. エフ-94240・ライレーローズ. アレー・デュ・バルク・ド・ラ・ピエブル. 17
(85)翻訳文提出日	平成5年(1993)11月4日	(72)発明者	ルコムト, ソファイエ フランス国. エフ-75013・パリ. リュ・ヴェルニオー. 77
(86)国際出願番号	PCT/FR93/00221	(74)代理人	弁理士 八木田 茂 (外2名)
(87)国際公開番号	WO93/17660		
(87)国際公開日	平成5年(1993)9月16日		
(31)優先権主張番号	92/02654		
(32)優先日	1992年3月5日		
(33)優先権主張国	フランス (FR)		
(81)指定国	EP(AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), CA, JP, US		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 シリコーン脂肪質バインダーを含有する粉末化粧料組成物

## (57)【要約】

シリコーン混合物を含有する脂肪質バインダーと混合された固体粒子相を主として含有する無水粉末からなる皮膚用化粧料組成物であって、上記シリコーン混合物は、(a) 少なくとも1種のシリコーン油、(b) 少なくとも1種のシリコーンワックス、(c) 少なくとも1種のシリコーン樹脂、(d) 場合により、少なくとも1種のシリコーンゴム、及び(e) 場合により、少なくとも1種のフェニルジメチコーンとからなり、かつ、上記成分(a)、(b)(c)、(d) 及び(e) は、それぞれ、シリコーン混合物の全重量の基ついて、12-98.9%、1-60%、0.1-25%、0-3%及び0-20重量%の濃度で前記バインダー中に存在している皮膚用化粧料組成物。この組成物はフェースメーカーキャップ、アイシャドウ、メーカーキャップファンデーション又はパウダーとして使用し得る。

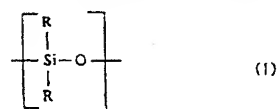
- (a) 少なくとも1種のシリコン油、
- (b) 少なくとも1種のシリコンワックス、
- (c) 少なくとも1種のシリコン樹脂、
- (d) 場合により、少なくとも1種のシリコンゴム、及び
- (e) 場合により、少なくとも1種のフェニルジメチコン

2. シリコン混合物の構成成分の濃度は、該混合物の全重量の  
基づいて、下記の濃度:

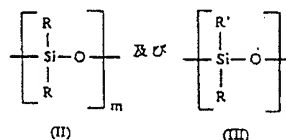
- シリコンワックス：2 - 50%、
- シリコン樹脂：0.5 - 15%、
- シリコンゴム：0 - 0.4 %、
- フェニルジメチコン：0 - 15%
- シリコン油：全体が100 %になる量

3. 前記脂肪質バインダーは前記シリコン混合物からなることを特徴とする、請求の範囲1又は2に記載の化粧品組成物。

4. 低粘度シリコーン油は、式 1



5. シリコンワックスは、それぞれのモル割合が  $m$  及び  $n$  の、式(II)及び(III)：



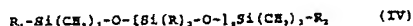
(上記の式中、置換基 R は、各々、1 ～ 8 個の炭素原子を有するアルキル基を表し、R' は、各々、6 ～ 30 個の炭素原子を有する、場合により不飽和のアルキル基を表すか、又は、基 -X-R'' を表し、X は、各々、

- $$\begin{aligned} & -O-, \\ & -(CH_2)_a-O-CO-, \\ & -(CH_2)_b-CO-O- \end{aligned}$$

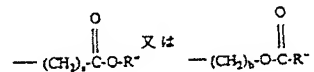
を表し、 $a$  及び  $b$  は、各々、0 ~ 8 の範囲で変動し得る数を表し、 $R^{1'}$  は、各々、8 ~ 30 個の炭素原子を有する、場合により不飽和のアルキル基を表し、 $m$  は 0 ~ 400、特に、0 ~ 100 の範囲で変動し得る数であり、 $n$  は 1 ~ 200、特に、1 ~ 100 の範囲で変動し得る数である。

る数であり、 $(a + n)$ の合計は400以下であり、特に、100以下であるか又は100の等しい)の単位(未雑差を除く)から本質的になる、少なくとも1種の置換線状ポリシロキサンから本質的になることを特徴とする、請求の範囲1~4のいずれかに記載の化粧料組成物。

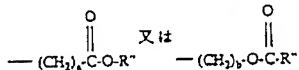
6. 前記シリコンワックスは、式 IV :



(式中、R は 1～8 個の炭素原子を有するアルキル基であり、R<sub>1</sub> は 1～30 個の炭素原子を有するアルキル基、8～30 個の炭素原子を有するアルコキシ基又は基；



を表し、 $R_2'$ は8~30個の炭素原子を有するアルキル基、6~80個の炭素原子を有するアルコキシ基又は基：



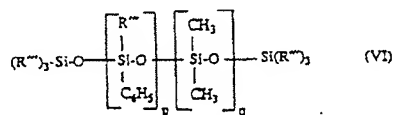
を表し、 $a$  及び  $b$  は 0~6 の数を表し、 $R''$  は  $C_8 \sim C_{30}$  アルキル基であり、 $z$  は 1~100 の範囲で変動し得る数である) の化合物の少なくとも 1 種を含有することを特徴とする、請求の範囲 1~5 のいずれかに記載の化粧品組成物。

7. 前記シリコン樹脂は、式  $(R)_3SiOCH_3$  及び  $Si(OCH_3)_4$  ( $R$ は 1~8個の炭素原子を有するアルキル基である)のシロキサンの混合物の加水分解及び重合縮生成物からなることを特徴とする、

請求の範囲 1 ~ 6 のいずれかに記載の化粧料組成物。

8. 前記シリコンゴムは 200,000~100 万の分子量を有するポリシロキサンであることを特徴とする、請求の範囲 1~7 のいずれかに記載の化整料組成物。

9. 前記フェニルジメチコンは、式 VI :



(式中、q は 0~5,000 の範囲で変動し得る数であり、p は 1~5,000 の範囲で変動し得る数であり、R' は、各々、メチル、フェニル又はトリメチルシリルオキシ基を表す)で表されることを特徴とする、請求の範囲 1~8 のいずれかに記載の化粧品組成物。

10. 前記シロコーン混合物は、組成物の全重量に基づいて、0.5 ~ 25 %、特に、3 ~ 20 重量%に相当することを特徴とする、請求の範囲1~9のいずれかに記載の化粧料組成物。

11. 殺菌剤、収斂剤、太陽光線遮断剤、酸化剤、抗遊離基剤、ビタミン、解乳剤、皮膚軟化剤、脱色剤、香料及び粘度調節剤から選ばれた少なくとも1種の添加剤を更に含有することを特徴とする、請求の範囲1～10のいずれかに記載の化粧料組成物。

12. 添加剤は、全体として、組成物の全重量の基づいて、10%以下、特に、5%以下であることを特徴とする、請求の範囲1～11のいずれかに記載の化粧料組成物。

13. アイシャドー、ブラッシャー、フェイスメイクアップパウダー又はボディパウダーの形で提供されることを特徴とする、請求の範囲1～12のいずれかに記載の化粧料組成物。

14. シリコン混合物からなる脂質質バインダーと混合された

固体粒子からなる粉末の形で提供される無水化粧品組成物の調製における、

- (a) 少なくとも1種のシリコン油、
  - (b) 少なくとも1種のシリコンワックス、
  - (c) 少なくとも1種のシリコン樹脂、
  - (d) 場合により、少なくとも1種のシリコンゴム、及び
  - (e) 場合により、少なくとも1種のフェニルジメチコン
- とからなるシリコン混合物であって、上記成分 (a)、(b) (c)、(d) 及び (e) が、それぞれ、シリコン混合物の全重量の基づいて、12-98.9%、1-80%、0.1-25%、0-8%及び0-20重量%の濃度で前記バインダー中に存在するシリコン混合物の使用。

15. 前記組成物及び/又は前記シリコンは、請求の範囲1-12のいずれかに記載されたものとであることを特徴とする、請求の範囲14に記載の使用。

#### シリコン脂質バインダーを含有する粉末化粧品組成物

本発明はシリコン脂質バインダーを含有する粉末化粧品組成物を主題とする。

ブラッシャー(blusher)、アイシャドウ、フェイスパウダー又はファンデーションのごときある種の化粧品組成物は圧縮した(compact)又は注型した(cast)粉末の形で提供されることは知られている。これらの化粧品は着色又は非着色粉末と脂質バインダー(fatty binder)(油又は油とワックスの混合物)との混合物から主としてなりかつ圧縮するか又は型としての働きをする容器に注型することにより成形された、“コンパクトパウダー”(compact powder) [又は“コンパクト”(compact)] と呼ばれる無水組成物である。これらの粉末は、一般的には、少量の粉末を取り出しそしてアププリケーター(スポンジ、パウダーパフ又は刷毛)によって皮膚に適用することにより使用される。

かかるコンパクトパウダーにおける結合剤の調製は多数の問題を有する。特に衝撃によって生ずる断片化(fragmentation)を回避し、一方、良好な崩壊能力(disintegration capacity)を保持するためには、最終製品は均質でかつ質密(compact)なものでなければならない。更に、化粧品組成物は滑らかな感触(smooth feel)を有していなければならずかつ連続的に展延させる(延ばす)こと(spread)が容易なものでなければならない。更に、バインダーは顔料と両立し得るものでなければならない。慣用の脂質バインダーを使用した場合にある種の顔料が分解するという問題が専門家には知られている。

更に、ある種のメーキャップ組成物は“ルーズパウダー”

(“loose powder”)と呼ばれる粉末の形で提供されるが、この場合、粒子は脂質連続相内で圧縮又は分散されず、これとは反対に、その個体性(individuality)を保持していることが知られている。かかるルーズパウダーは、特に適用の円滑性(smoothness)を増大させることによって粉末の皮膚への付着を促進しかつある種の活性成分の可溶化を可能にする働きをする脂質物質(油)をししば含有している。ある種のルーズパウダーは、粒子が凝集することなしに比較的多量の油を含有し得る。これは、特に、合成熱可塑性物質から製造された中空微小球(microsphere)の形の粒子を含有する粉末の場合である；特に、EP特許-0,254,812号参照。しかしながら、かかるルーズパウダーの調製は、前記したごとく、慣用されている脂質物質の存在下である種の顔料が分解するという問題を提起する。

本出願においては、“脂質バインダー”という表現は、圧縮された又は注型された粉末(compact or cast powder)用のバインダーを構成する脂質物質又は脂質物質の混合物、並びに、特に適用の円滑性を増大させかつ皮膚への付着を促進するためにルーズパウダー中に存在させる脂質物質又は脂質物質の混合物を意味する。

低粘度塊状ポリシロキサン(ポリジメチルシロキサン又は同族体；PDMSと略記される)であるシリコン油を高粘度PDMS(シリコンゴム)と組合せて圧縮粉末中で結合剤として使用することは特許出願 JP-61-180707号に記載されている。

シリコン樹脂(三次元重合生成物)を揮発性シリコンと組合せて化粧品粉末中のバインダーとして使用することも推奨されている；例えば、特許出願 JP-61-065809号、JP-61-181211号およびJP-62-295512号参照。

場合により置換塊状ポリシロキサン(シリコンワックス)、環状ポリシロキサン及び/又は慣用のワックスと組合せられた、PDMSを

基材とするバインダー中に分散された被覆顔料を含有する無水化粧品組成物が特許出願 EP-193983号に記載されている。顔料はバインダー中での分散を可能にするために、化学的結合によりポリシロキサンで被覆されている。

これらの種々の成分の研究により、シリコンゴムと混合された低粘度シリコン油は、特に化粧品組成物に円滑性(smoothness)、展延の容易性及び均一性を付与するため、有用であることが示された。しかしながら、コンパクト粉末のメーキャップ保持性(make-up behaviour property)と耐落下物衝撃特性(fall impact resistance property)は不良であった。

ポリシロキサンワックスは良好な展延の容易性及びメーキャップの許容し得る均一性を得ることを可能にしたかつ機械的特性(落下物衝撃に対する抵抗性)を改善する。しかしながら、保持性(behaviour property)は不満足なものである。

シリコン樹脂は良好な保持性と耐落下物衝撃性を付与するが、組成物は円滑性に欠ける。

2種のシリコンバインダーの組合せは、一般的には、特性の改善をもたらさないことに注意すべきである。

従って、高粘度及び低粘度PDMS化合物にシリコン樹脂を添加することにより展延の容易性が減少するが、これに対し、これらの2種の成分は別々では容易に展延する組成物を与える。同様に、これらの2種の成分を別々に使用した場合にもたらされる均一性は、これらの成分を併用した場合に低下する。一方、保持性は改善される。

シリコン樹脂への低粘度シリコン油の添加により円滑性は改善されず、展延の容易性及び均一性が著しく減少する。

今般、脂質バインダーを調製する際に、3種のシリコン(油、ワックス及び樹脂)を組合せ、かつ、場合によりこれらとシリコー

ンゴムとを組合せることにより、化粧料特性が全体的に改善された或いは極めて満足し得る水準に保持されている粉末を得ることができると見出された。更に、かかるバインダーは、マンガノバイオレット又は酸化クロムのごとき容易に分解する無機顔料を含めて、化粧料粉末中で使用される全ての顔料と両立し得る。更に、本発明によるバインダーは顔料の分散を促進するために顔料を被覆することを必要としない。

従って、本発明は、シリコン混合物を含有する脂肪質バインダーと混合された固体粒子相から主としてなる無水粉末の形の皮膚用化粧料組成物において、上記シリコン混合物は、

- (a) 少なくとも1種のシリコン油、
- (b) 少なくとも1種のシリコンワックス、
- (c) 少なくとも1種のシリコン樹脂、
- (d) 場合により、少なくとも1種のシリコンゴム、及び
- (e) 場合により、少なくとも1種のフェニルジメチコン

からなること、及び、上記成分 (a)、(b)、(c)、(d) 及び (e) は、それぞれ、シリコン混合物の全重量に基づいて、12-98.9%、1-80%、0.1-25%、0-3% 及び 0-20重量%の濃度で前記バインダー中に存在することを特徴とする、皮膚用化粧料組成物を主とする。

本発明による化粧料組成物はルーズパウダー、コンパクトパウダー又はキャストパウダーであり得る。

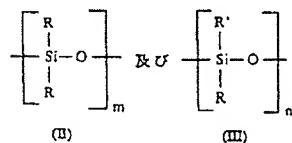
シリコン混合物の構成成分の、該混合物の全重量に基づく濃度は、好ましくは、下記の通りである：

- 純粋なシリコンゴム：0-0.4%
- シリコンワックス：2-50%
- 純粋なシリコン樹脂：0.5-15%
- フェニルジメチコン：0-15%

チルシロキサン/ジフェニルシロキサン、ポリジメチルシロキサン/フェニルメチルシロキサン及びポリジメチルシロキサン/ジフェニルシロキサン/メチルビニルシロキサン。市販のシリコンゴムとしては SE 90 (GENERAL ELECTRIC)、TP 232 (UNION CARBIDE)、Q2-1403 (DOW CORNING) 又はビスカシル (VISCASIL) シリーズ

(GENERAL ELECTRIC) の名称で販売されているものを挙げる事ができる。

本発明の脂肪質バインダー中で使用し得るシリコンワックスは、室温で固体であるか又は液体である置換ポリシロキサンである。シリコンワックスは、特に、それぞれのモル割合が、 $m$  及び  $n$  の、式 (II) 及び (III)：



(上記の式中、置換基  $R$  は、各々、前記で定義したときのものであり、 $R'$  は、各々、8-30個の炭素原子を有する、場合により不飽和の(線状又は分枝鎖)アルキル基を表すか、又は、基  $-X-R''$  を表し、 $X$  は、各々、

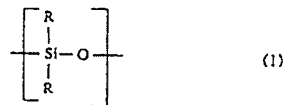
- O-
- (CH<sub>2</sub>)<sub>a</sub>-O-CO-
- (CH<sub>2</sub>)<sub>b</sub>-CO-O-

を表し、 $a$  及び  $b$  は、各々、0-6の範囲で変動し得る数を表し、 $R''$  は、各々、8-80個の炭素原子を有する、場合により不飽和のアルキル基を表し、 $m$  は0-400、特に、0-100の範囲で変動し得る数であり、 $n$  は1-200、特に、1-100の範囲で変動し得る数であり、

-シリコン油：全体が100%になる量

特定の態様においては、脂肪質バインダーは上記したときシリコン混合物だけからなる。

低粘度シリコン油は、式 (I)



(式中の  $R$  は、各々、(炭素数 1-8個の) 低級アルキル基を表す) の単位 (末端基を除く) からなる線状ポリシロキサンであることは知られている。

これらの低粘度ポリシロキサンの重合度 (反復単位の数) は、例えば、3-2000の範囲で変動し得る。

これらの低粘度シリコン油は既知の方法で調製するか又は商業的に購入し得る：例えば、シルピオンオイル (Silbione oil) 47 シリーズ (RHONE POULENC)、200 オイル (200 oil) シリーズ (DOW CORNING)、SF 58 オイル (SF 58 oil)。

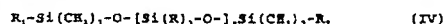
末端基は例えばトリメチルシリル、ジメチルヒドロキシメチルシリル又はビニルジメチルシリル基である。

本発明に従って使用し得るシリコンゴムは、例えば 200,000-1,000,000 の範囲で変動し得る高い分子量を有するポリシロキサンである。これらは単独で又は溶剤との混合物の形で使用し得る。この溶剤はポリジメチルシロキサン油 (PDMS) 及びポリフェニルメチルシロキサン油 (PPMS) から選択し得る。これらのシリコンゴムは既知のかつ市販の製品であるか又は既知の方法により製造し得るものである。より詳しくは、下記のシリコンゴムを挙げる事ができる：ポリジメチルシロキサン/メチルビニルシロキサン、ポリジメ

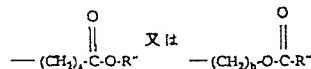
チルシロキサン/ジフェニルシロキサン、ポリジメチルシロキサン/フェニルメチルシロキサン及びポリジメチルシロキサン/ジフェニルシロキサン/メチルビニルシロキサン。市販のシリコンゴムとしては SE 90 (GENERAL ELECTRIC)、TP 232 (UNION CARBIDE)、Q2-1403 (DOW CORNING) 又はビスカシル (VISCASIL) シリーズ

(GENERAL ELECTRIC) の名称で販売されているものを挙げる事ができる。

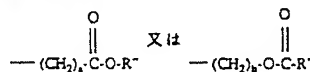
使用し得るシリコンワックスは、式 IV：



(式中、 $R$  は前記で定義したときのものであり、 $R_1$  は1-30個の炭素原子を有するアルキル基、8-80個の炭素原子を有するアルコキシ基又は式：



の基を表し、 $R_2$  は8-30個の炭素原子を有するアルキル基、8-30個の炭素原子を有するアルコキシ基又は式：



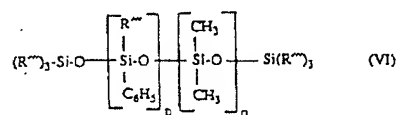
の基を表し、 $a$  及び  $b$  は0-6の数を表し、 $R'$  は  $C_8-C_{30}$  アルキル基であり、 $n$  は1-100の範囲で変動し得る数である) の化合物からも選択し得る。

既知の製品であるか又は既知の方法に従って製造し得る、式 IV のシリコンワックスとしては、特に、下記の市販の製品を挙げることができる：エイビルワックス (Abilvax) 2428、2434 及び 2440 (GOLDSCHMIDT) 又は VP 1622 及び VP 1621 (VACKER)。

シリコン樹脂は式 (R)<sub>3</sub>SiOCH<sub>3</sub> 及び Si(OCH<sub>3</sub>)<sub>4</sub> (R は 1 ～ 8 個の炭素原子を有するアルキル基である) のシロキサン混合物の加水分解及び重合生成物である。

これらのシリコン樹脂は既知であるか又は既知の方法に従って調製し得る。使用し得る市販のシリコン樹脂としては、例えば、DC 593 (DOW CORNING) 又は SS 4230 (GENERAL ELECTRIC) の名称で販売されているものが挙げられる。

フェニルジメチコンは式 VI：



(式中、q は 0 ～ 5,000 の範囲で変動し得る数であり、p は 1 ～ 5,000 の範囲で変動し得る数であり、R''' は、各々、メチル、フェニル又はトリメチルシリルオキシ基を表す) で表される既知の化合物である。

これらのフェニルジメチコンは、適用の円滑性を改善することを可能にする任意成分として使用し得る。

一般的には、脂肪質バインダーは、組成物の全重量に基づいて、0.5 ～ 25 %、特に、3 ～ 20 重量%に相当し得る。

化粧料組成物の粒子相はかかる化粧料組成物中で通常使用されている顔料及び/又は充填剤からなる。顔料は無機及び/又は有機顔料及び/又は真珠箔顔料から選択される。

された蠟母-チタン、フェリックスブルー又は酸化クロムで着色された蠟母-チタン、前記したごとき有機顔料で着色された蠟母-チタンのごとき着色真珠箔顔料並びにオキシ塩化ビスマスベースとする真珠箔顔料も使用し得る。

充填剤は特に下記のものから選ばれる：

－タルク：これは水和珪酸マグネシウムであり、通常、40 μm 以下の大きさの粒子の形で使用される；タルクは水吸収性を有しており、特にすべすべした感触 (unctuous feel) を有するために使用される；

－蠟母：これは種々の組成を有するアルミノシリケートであり、2 ～ 200 μm、好ましくは、5 ～ 70 μm の大きさと 0.1 ～ 5 μm、好ましくは、0.2 ～ 3 μm の厚さを有する鱗片 (scale) の形で存在する。蠟母は天然起源のもの (例えば、ムスコバイト、マルガライト、ロスコニライト、リビドライト、ピオタイト) であるか又は合成起源のものであり得る。蠟母は、通常、透明であり、皮膚に光沢のある (satiny) 外観を付与することを可能にする；

－炭性又は非炭性ゼンブ、特に、米ゼンブ；

－シリカ；

－アルミナ；

－酸化ホウ素；

－カオリン：これは水和珪酸アルミニウムであり、等方性の形状 (isotropic shape) の粒子の形で存在し、良好な脂肪吸収性を有する。

－酸化亜鉛及び酸化チタン：これらの酸化物はすべすべした感触、良好な隠蔽力及び高い不透明度を有する；ナノビグメント型 (nanopigment form) のこれらの製品も使用し得る；

－沈降炭酸カルシウム：これは約 10 μm 以下の大きさの粒子の形であり、すべすべした感触を有しており、艶消された外観

これらの顔料は最終組成物の重量の 70 % までを占め得る。

無機顔料としては、例えば次のものが挙げられる：

－場合により表面処理されたかつカラーインデックスにおいて CI 77891 のコード番号が付されている二酸化チタン (ルチル又はオクタヘドライト)；

－カラーインデックスにおいて CI 77499、77492、77491 のコード番号が付されている黒色、黄色、赤色及び褐色酸化鉄；

－マンガンバイオレット (CI 77742)；

－ウルトラマリンバイオレット (CI 77007)；

－ウルトラマリンブルー (CI 77007)；

－酸化クロム (CI 77288)；

－水和酸化クロム (CI 77289) 及び

－フェリックスブルー (ferric blue) (CI 77510)。

有機顔料としては、例えば次のものが挙げられる：

－D & C レッド No. 3 (CI 45430:1)

－D & C レッド No. 8 (CI 15850:2)

－D & C レッド No. 7 (CI 15850:1)

－D & C レッド No. 9 (CI 15855:1)

－D & C レッド No. 13 (CI 15830:3)

－D & C レッド No. 19 (CI 45170)

－D & C レッド No. 21 (CI 45380:2)

－D & C レッド No. 27 (CI 45410:1)

－D & C レッド No. 30 (CI 73360)

－D & C レッド No. 36 (CI 12085)

－カーボンブラック (CI 77286) 及びカーミン (carmine) (CI 75470) をベースとするラッカー。

真珠箔顔料は、特に、酸化チタン又はオキシ塩化ビスマスで被覆された蠟母のごとき白色真珠箔顔料から選択し得る。酸化鉄で着色

(matt appearance) を得ることを可能にする；

－炭酸又は炭酸水素マグネシウム：これらは特に香料結合性 (perfume-binding property) を有する；

－8 ～ 22 個の炭素原子、好ましくは、12 ～ 18 個の炭素原子を含有する有機カルボン酸から誘導された金属石鹸、例えば、ステアリン酸亜鉛、マグネシウム又はリチウム、ラウリン酸亜鉛、ミリスチン酸マグネシウム等。これらの石鹸は、通常、10 μm 以下の大きさの粒子の形で存在し、すべすべした感触を有しており、皮膚への粉末の付着を促進する；

－ポリエチレン及びその誘導体 (例えば、ポリテトラフルオロエチレン、ポリスチレン等)、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリエステル又はポリアミド等から選ばれた合成重合体 (又は共重合体) 粉末、例えば、ナイロン粉末；

－熱可塑性合成物質から製造された、中空部分にガスを含有する中空微小球。

中空微小球はフランス特許第 3,615,972 号又は欧州特許出願第 0,058,219 号に記載されるごとき既知の方法によって製造される。

これらの微小球は無毒性でかつ非刺激性の熱可塑性材料の任意のものから調製し得る。これらの熱可塑性材料は、例えば、エチレン誘導体の重合体又は共重合体 (例えば、ポリエチレン、ポリスチレン、塩化ビニル-アクリロニトリル共重合体等)、ポリエステル、尿素-ホルムアルデヒド重合体、塩化ビニリデン共重合体 (例えば、塩化ビニリデン-アクリロニトリル共重合体) 等であり得る。

充填剤は本発明の組成物の全重量の 95 % までを占め得る。

顔料及び充填剤は、所望ならば、その表面状態を変性するために、特に、アミノ酸、シリコン、金属石鹸又はコラーゲンのごとき物質で被覆し得る。表面状態はシリコン分子の化学的グラフト又は吸着によっても変性し得る；トリイソステアロイルチタネートのごと

き他の分子も適当である。

種々の慣用の添加剤も組成物中に導入し得る。一般的には、これらの添加剤は組成物の全重量に基づいて 10 重量%以上、特に 5 重量%以上は存在させない。従って、本発明の組成物は、特に身体及び足用のデオドラントパウダー及びベビーパウダー中で使用される収斂剤(antiseptic) (例えば、トリクロロジフェニルエーテル、カチオン剤(cationic agent)、硝酸等)；アルミニウムヒドロキシクロライド又はミョウバンのごとき、デオドラントパウダー及びフットパウダー(foot powder) 中で使用される収斂剤(astringent agent)；太陽光線遮断剤(sunscreen agent)；瘢痕化剤(cicatrizing agent)；抗遊離基剤(anti-free radical agent)；ビタミン、解乳化剤(demulsant agent)；皮膚軟化剤、特に、脂肪酸と  $C_{10} \sim C_{22}$  脂肪アルコール又は低級アルコール(例えば、クエン酸トリイソセチル、ミリスチン酸ミリスチル等)とのエステルのごとき油類、又は、植物油(特に、ジョージヤ油等)、又は鉱物油(例えば、ワセリン油等)又は動物起源の油(例えば、ラノリン等)；加潤剤(moisturizing agent) (グリセリン、ソルビトール等)；脱色剤；香料及び粘度調節剤(天然又は合成ゴム)；等から選ばれた添加剤の少なくとも 1 種を含む得る。

本発明の組成物は、特に、ブラッシャー(blusher)、アイシャドウ、フェイスメーキャップパウダー、フットパウダーを包含するボディパウダー(香料入り(perfumed)及び/又は脱臭用(deodorizing))の形で提供され得る。

本発明の化粧料組成物は、通常の方法、例えば、下記の方法により調製し得る：

#### 方法 1 (コンパクトパウダー用)

第一段階において、顔料及び/又は充填剤並びに粉末状添加剤を混合しついでバインダー及び/又は場合により稠度調節剤並びに他

の任意成分を添加し、ついで、全体を混合する及び/又は場合により粉砕する。

バインダーは、必要ならば、場合により加熱する。

ついで、混合物を金属カップ中でプレスにより圧縮する。

#### 方法 2 (キャストパウダー用)

組成物の全ての成分を混合し、溶剤(水、ヘキサン、イソプロパノール、エタノール等)中に懸濁させる。

ついで、かく得られたペーストをカップに注型しついで溶剤を蒸発させる。

#### 方法 3 (ルーズパウダー用)

顔料及び/又は充填剤並びに粉末状添加剤を混合しついでバインダー及び/又は場合により稠度調節剤並びに他の任意成分を添加し、ついで、全体を混合しかつ場合により粉砕する。

適当である場合には、バインダーは場合により加熱する。所望に応じ、混合物は適当な容器に充填する前に篩分けし得る。

本発明は、更に、脂肪質バインダーと混合された固体粒子から主としてなる粉末(ルーズ、コンパクト又はキャスト)の形で提供される無水化粧料組成物に調製における、前記したごとくシリコーン混合物の使用も主題とする。得られた組成物は通常の方法で皮膚に適用される。

下記の実施例は本発明を例示するものである。

これらの実施例においては、種々の成分の量は重量部で考えられている。

#### 実施例 1 : ブラッシャー

原料 A	
二酸化チタン	10.00
雲母-チタン	10.00
ステアリン酸亜鉛	4.00
D & C レッド 30	0.50
タルク	89.30
原料 B	
セチルジメチコーン	0.08
ベヘノキシ(behenoxy)ジメチコーン	1.80
低粘度 PDMS 中の 33%の	
トリメチルシロキシシリケート	0.53
低粘度 PDMS 中に14%の活性物質を含む	
高粘度ポリジメチルシロキサン	0.01
低粘度ポリジメチルシロキサン	9.78
防曇剤	0.2
	100.00

#### 成分の出所

セチルジメチコーン : エイビルワックス 9801 (GOLDSCHMIDT)。  
ベヘノキシジメチコーン : エイビルワックス 2440 (GOLDSCHMIDT)  
低粘度 PDMS 中の 33%のトリメチルシロキシシリケート :  
DC 593 (DOW CORNING)。  
高粘度ポリジメチルシロキサン : Q2-1403 (DOW CORNING) ;  
粘度 PDMS 中の14%溶液。  
低粘度ポリジメチルシロキサン : PDMS 10センチストークス、

GOLDSCHMIDT 社から販売。

#### 調製法

- 1)原料 Aの成分を混合。
- 2)原料 Bの成分を添加。再び混合。
- 3)必要ならば、粉砕。
- 4)篩分け。
- 5)金属カップ中で圧縮。

この組成物は非常に容易に崩壊し、非常に均一なメーキャップを与えた。

#### 実施例 2 圧縮フェイスパウダー

原料 A	
セリサイト	65.80
雲母	15.00
ポリエチレン粉末	5.00
二酸化チタン	2.00
酸化鉄	8.00
原料 B	
セチルジメチコーン	0.15
ベヘノキシジメチコーン	0.30
トリメチルシロキシシリケート (DC 593)	0.75
低粘度ポリジメチルシロキサン	2.80
防曇剤	0.2
	100.00

成分の出所 : 実施例 1 参照。

調製法 : 実施例 1 と同一。

この組成物は適用の際、大きな円滑性を示した。

#### 実施例 3 アイシャドウ

特表平6-507426 (7)

<b>原料 A</b>	
薑母一チタン	40.00
緑色酸化クロム	8.00
タルク	43.80

<b>原料 B</b>	
セチルジメチコーン	1.24
トリメチルシロキシシリケート (DC 593)	1.98
低粘度ポリジメチルシロキサン	8.78
防腐剤	0.20

	100.00
C.エタノール	85.00

成分の出所 : 実施例 1 参照。

**調製法 :**

- 1) 原料 A の成分を混合。
  - 2) 原料 B 及び原料 C を添加し、再び混合。
  - 3) 得られたペーストを注型するか又は直接カップに注入。
  - 4) 溶剤を蒸発。
- この組成物は容易に運用できかつ大きな円滑性を有していた。

**実施例 4 : ファイシャドウ**

<b>原料 A</b>	
薑母	15.00
ポリアミド粉末	10.00
酸化鉄	10.00
マンガンバイオレット	20.00
タルク	38.00

<b>原料 B</b>	
セチルジメチコーン	0.21
ベヘノキシジメチコーン	0.44

- 2) 原料 B の成分を添加し、再び混合。

- 3) 粉碎及び篩分け。

**比較例**

種々のシリコーン又はシリコーン混合物を結合剤として使用して得られた圧縮粉末の性質を検討した。全ての場合において、粒状原料は上記実施例 4(a) と同一であり、結合剤の割合は 8% であった。組成物は実施例と同様の方法で調製した。

得られた組成物を使用者が試験し、検討した性質について、供試組成物が平均的な結果 (0)、良好な結果 (+) 又は非常に良好な結果 (++) を与えるか否かを使用者に判定させた。

検討した性質は下記の通りであった :

**a) コンパクトの機械的性質**

- 耐落下物衝撃性 (fall impact resistance) : この試験は 20cm の高さからの、標準落下物による衝撃を 10 回与えた後に、粉末体の損傷量を測定することにより、圧縮粉末の凝集性 (cohesion) を評価することからなる。

**b) 化粧料特性**

- 適用の円滑性 (smoothness) : この試験は適用の際の円滑性を (感覚的な評価により) 評価することからなる ;
- 展延の容易性 (ease of spreading) : この試験は粉末の展延 (広がり) の容易性と、メーキャップを施すべき表面全体に亘って粉末の沈着 (deposit) させることの容易性を評価することからなる ;
- 付着性 (adherence) : この試験は粉末が皮膚上に沈着し、その場に残留する能力を評価することからなる ;
- 保持性 (behaviour, tenue) : この試験は 4 時間後に粉末が皮膚上に残留する能力を評価することからなる ;
- 均一性 (homogeneity) : この試験はメーキャップを施した後の粉末層の均一性を評価することからなる。

トリメチルシロキシシリケート (DC 593)	1.12
低粘度ポリジメチルシロキサン	4.23
防腐剤	0.20
	100.00

成分の出所 : 実施例 1 参照。

**調製法**

- 1) 原料 A の成分を混合。
- 2) 原料 B の成分を添加し、再び混合。
- 3) 必要ならば、粉碎。
- 4) 篩分け。
- 5) 金属カップ中で圧縮。

この組成物は非常に滑かで、展延が非常に容易であった。

**実施例 5 : ルーズパウダー**

<b>原料 A</b>	
薑母	87.50
ポリアミド粉末	25.00
ステアリン酸亜鉛	2.00
酸化鉄	1.00
香料 (炭酸マグネシウム中に含浸)	1.5

<b>原料 B</b>	
エイビルワックス 9801	1.5
DC 593	0.5
低粘度 PDMS	1.0
	100.00

低粘度 PDMS はエイビル 10 (GOLDSCHMIDT) の名称で販売されているものである。

**調製法**

- 1) 原料 A の成分を混合。

試験した組成物と試験結果は第 1 表及び第 2 表に要約されている。第 2 表で検討されている組成物は本発明の組成物であり、第 1 表の組成物は比較のための組成物である。

第 1 表  
比較用組成物

組 成 物	1	2	3	4	5	6	7	8	9
低粘度PDMS	100%					60%	30%	5%	50%
高粘度PDMS *		100%				40%	20%		
ベヘノキシジメチコーン			100%					50%	
セチルジメチコーン				100%					50%
トリメチルシロキシシリケート *					100%				
特 性									
耐落下物衝撃性	0	0	++	+	++	0	+	++	+
潤滑の円滑性	++	0	+	+	0	+	+	++	0
展延の容易性	++	+	++	+	+	+	+	+	++
保持性	+	0	0	0	++	0	++	0	+
均一性	++	+	+	++	+	++	+	++	+
付着性	0	++	+	+	+	+	++	0	+

成分の出所： 実施例 1 参照  
\* 低粘度 PDMS 中に溶解させた活性物質の14%溶液

第 2 表  
本発明の組成物 No. 10~15

組 成 物	10	11	12	13	14	15
セチルジメチコーン	3.8	1.3	12.4	20.0	20.8	2.0
ベヘノキシジメチコーン	7.3	26.7	-	20.0	0.5	25.0
トリメチルシロキシシリケート *	18.7	8.9	19.8	6.6	24.7	3.0
高粘度 PDMS **	-	0.2	-	0.1	-	1.0
低粘度 PDMS	70.2	63.0	67.8	53.3	54.0	69.0
特 性						
耐落下物衝撃性	+	+	+	++	++	+
潤滑の円滑性	++	++	++	+	+	++
展延の容易性	+	+	++	++	+	++
保持性	+	+	++	+	++	+
均一性	+	++	++	+	++	++
付着性	++	+	+	++	+	+

\* 低粘度 PDMS 中に33%活性物質を含有

\*\* 低粘度 PDMS 中に14%活性物質を含有

成分の出所： 実施例 1 参照

## 2) 保存(preservation)結果

前記組成物 No. 10、11及び12と、慣用のバインダー及び上記組成物と同一の粒子状原料を含有する組成物とを比較した。これらの組成物をオープン(40℃)内に2週間保存した。

この期間の終了時に、臭気( odour )の強さを主観的に評価し、これを下記の等級で示した。

- 臭気が非常に強い : +++
- 臭気が強い : ++
- 臭気あり : +
- 無臭 : 0

慣用の組成物は下記のバインダーを含有していた：

組成物 18：

- ワセリン油：55%
- オレイルアルコール：80%
- 液体モノリン：10%
- ヒマシ油：5%

組成物 17：

- ワセリン油：85%
- ホワイトワセリン：15%

結果は第3表に要約されている：

第 3 表	組成物	10	11	12	18	17
臭気		0	0	0	+++	+

## 3) 使用の困難な原料を含有する組成物の調製

酸化クロム、ウルトラマリンブルー、マンガンバイオレットのごときある種の原料は、使用の困難なかつメーキャップを施した際に非常に不均一な組成物を与えることが知られている。

試験した組成物は下記の通りである：

- タルク：40%
- 酸化クロム：15%
- 雲母：20%
- 酸化クロムで被覆された雲母-チタン：15%
- バインダー：10%

使用した酸化クロムは酸化クロムと水酸化クロムの50/50混合物であった。

検討した組成物 18、19及び20について、バインダーは下記の

通りであった：

- 組成物 18：組成物 18 で使用したバインダー
- 組成物 19：組成物 11 (本発明の) 組成物で使用したバインダー
- 組成物 20：組成物 12 (本発明の) 組成物で使用したバインダー

得られた結果は下記の表(第4表)に要約されている：

第 4 表	供試組成物	18	19	20
円滑性		0	+	+
展延の容易性		+	++	++
均一性		0	+	++



国際調査報告		International application No. PCT/FR 93/00221
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
Int. Cl. 5 A61K7/48; A61K7/035		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELD OF SEARCH		
Main search performed (classification system followed by classification symbols)		
Int. Cl. 5 A61K		
Documents searched when they achieved documents to the extent that such documents are included in the field searched		
Documents that have been searched during the international search (name of first inventor, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Classification of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Reference to state No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Vol. 12, No. 198 (C-502) 8 June 1986 4 JP, A, 62 298 512 (SHISEIDO CO LTD) 25 December 1987 cited in the application see abstract	1-3, 13-15
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Vol. 11, No. 3 (C-395) 7 January 1987 4 JP, A, 61 180 707 (SHISEIDO CO LTD) 13 August 1986 cited in the application see abstract	1,2,9, 13-15
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN Vol. 14, No. 57 (C-854) (4000) 2 February 1990 4 JP, A, 61 283 209 (KOBAYASHI KOSE CO LTD) 14 November 1989 see abstract	1,2,8, 13-15
-/-		
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Part C. <input type="checkbox"/> See present family notes.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "L" document published as or after the international filing date "L" document which may have priority date(s) or which is cited in order to establish the publication date of another document or other related matter (in particular) "T" document relating to an oral disclosure, use, exhibition or other event "T" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "X" document published after the international filing date as priority date and is included with the application as cited to substantiate the priority or novelty of the invention "X" document of particular relevance: the document is included as cited to substantiate the priority or novelty of the invention as far as the invention may relate to the document in which place "T" document of particular relevance: the document is included as cited to substantiate the priority or novelty of the invention as far as the invention may relate to the document in which place "A" document of the same prior art		
Date of the actual completion of the international search 11 June 1993 (11.06.93)		Date of mailing of the international search report 01 July 1993 (01.07.93)
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

国際調査報告		International application No. PCT/FR 93/00221
C. (Continued) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Classification of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Reference to state No.
A	EP, A, 0 133 963 (REVLON INC.) 13 March 1985 cited in the application see the whole document	1,2,4-6, 9,11 13-15
A	EP, A, 0 388 582 (KOBAYASHI KOSE CO. LTD.) 28 September 1990 see examples 12,13	1,2,4, 13-15
A	US, A, 5 023 075 (MACCHIO ET AL.) 11 June 1991 see examples	1,2,4, 13-15
-----		

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

## 国際調査報告

FR 9300221  
SA 71077

This report lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.  
The numbers are as contained in the European Patent Office EDP file.  
The European Patent Office is in no way liable for those particulars which are merely given for the purpose of information. 11/06/93

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0133963	13-03-85	US-A- 4578264 CA-A- 1231054 JP-A- 61037716	25-03-86 05-01-88 22-02-86
EP-A-0388582	26-09-90	JP-A- 2247110 JP-A- 2250832 JP-A- 2132141 JP-A- 2258708 JP-A- 2279617 US-A- 5061481 JP-A- 3008432	02-10-90 08-10-90 21-05-90 19-10-90 16-11-90 29-10-91 16-01-91
US-A-5023075	11-06-91	None	

PCT/ISA/210

For more details about this report, see Official Journal of the European Patent Office, No. 11/91

フロントページの続き

(72)発明者 パラ, イサベル  
フランス国, エフ-75013・パリ, アブニ  
ユ・デイタリー, 68

(72)発明者 デイフオゼ, ビートリス  
フランス国, エフ-75020・パリ, リユ・  
アクソー, 87

【公報種別】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成11年(1999)10月12日

【公表番号】特表平6-507426

【公表日】平成6年(1994)8月25日

【年通号数】

【出願番号】特願平5-515392

【国際特許分類第6版】

A61K 7/02

7/00

7/32

【F I】

A61K 7/02 Z

7/00 J

7/32

予 告 告 白

平成11年 5 月 7 日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成5年特許願第515392号

2. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 フランス国 ヌヴェー75008・パリ、リュ・ロイヤル、14

名 称 ロ レ ア ル

3. 代 理 人

〒105-0005 住 所 東京都港区西新橋1丁目1番15号  
協隆ビル別館 電話 (3591)0261

(3645)氏 名 八 木 田 茂



4. 補正の対象

明細書の請求の範囲

5. 補正の内容

(1)請求の範囲を別紙の通り補正する。

## 請求の範囲

1. シリコン混合物を含有する155質バインダーと混合された固体粒子粒から主としてなる粉末状の形の皮膚用化粧料組成物において、上記シリコン混合物は、

- (a) 少なくとも1種のシリコン油、
- (b) 少なくとも1種のシリコンワックス、
- (c) 少なくとも1種のシリコン樹脂、
- (d) 場合により、少なくとも1種のシリコンゴム、及び
- (e) 場合により、少なくとも1種のフェニルジメチコン

からなること、及び、上記成分(a)、(b)、(c)、(d)及び(e)は、それぞれ、シリコン混合物の全重量に基づいて、12～86.9%、1～60%、0.1～25%、0～3%及び0～20重量%の濃度で前記バインダー中に存在することを特徴とする、皮膚用化粧料組成物。

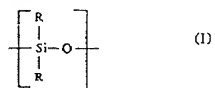
2. シリコン混合物の構成成分の濃度は、該混合物の全重量に基づいて、下記の濃度:

シリコンワックス:	2～30%
シリコン樹脂:	0.5～15%
シリコンゴム:	0～0.4%
フェニルジメチコン:	0～15%
シリコン油:	金液が100%になるまで

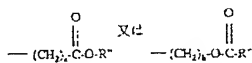
であることと特徴とする、請求の範囲1に記載の化粧料組成物。

3. 前記脂肪質バインダーは前記シリコン混合物からなることを特徴とする、請求の範囲1又は2に記載の化粧料組成物。

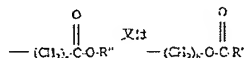
4. 前記シリコン油は、式 I



炭素原子を有するアルキル基、6～30個の炭素原子を有するアルコキシ基又は基:



を表し、R<sub>2</sub>は6～30個の炭素原子を有するアルキル基、6～30個の炭素原子を有するアルコキシ基又は基:

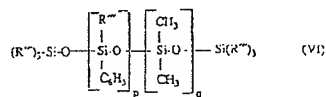


を表し、a及びbは0～6の数を表し、R'はC<sub>4</sub>～C<sub>30</sub>アルキル基であり、nは1～100の範囲で変動し得る数である)の化合物の少なくとも1種を含有することを特徴とする、請求の範囲1～5のいずれかに記載の化粧料組成物。

7. 前記シリコン樹脂は、式(R)<sub>2</sub>SiOC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>及びSi(OC<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>(Rは1～6個の炭素原子を有するアルキル基である)のシロキサン混合物の加水分解及び重合生成物からなることを特徴とする、請求の範囲1～6のいずれかに記載の化粧料組成物。

8. 前記シリコンゴムは約0.000～100万の分子量を有するポリシロキサンであることを特徴とする、請求の範囲1～7のいずれかに記載の化粧料組成物。

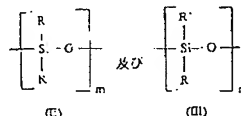
9. 前記フェニルジメチコンは、式 VI:



(式中、qは0～5.000の範囲で変動し得る数であり、pは1～5.000の範囲で変動し得る数であり、R'''は、各々、メチル、フェニル又はトリメチルシロキサン基を表す)であることを特徴とする、請求の範囲1～8のいずれかに記載の化粧料組成物。

(式中のRは、各々、1～6個の炭素原子を有する直鎖アルキル基を表す)の単位(末端基を除く)からなるかつ1～2000の重合度を有する、少なくとも1種の線状ポリシロキサンであることを特徴とする、請求の範囲1～3のいずれかに記載の化粧料組成物。

5. シリコンワックスは、それぞれのモル割合がa及びbの、式(II)及び(III):

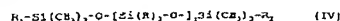


(上記の式中、直鎖基Rは、各々、1～6個の炭素原子を有するアルキル基を表し、R'は、各々、6～30個の炭素原子を有する、場合により不飽和のアルキル基を表すか、又は、基-R-R'を表し、Rは、各々、

-O-、  
-(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>-O-CO-、  
-(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>-O-

を表し、a及びbは、各々、0～5の範囲で変動し得る数を表し、R''は、各々、6～30個の炭素原子を有する、場合により不飽和のアルキル基を表し、nは0～400、特に、0～100の範囲で変動し得る数であり、mは1～200、特に、1～100の範囲で変動し得る数であり、(ain)の合計は400以下であり、特に、100以下であるか又は100の確しい)の単位(末端基を除く)から本質的になる、少なくとも1種の直鎖線状ポリシロキサンから本質的になることを特徴とする、請求の範囲1～4のいずれかに記載の化粧料組成物。

6. 前記シリコンワックスは、式 IV:



(式中、Rは1～6個の炭素原子を有するアルキル基であり、R<sub>1</sub>は1～30個の炭

粧料組成物。

10. 前記シリコン混合物は、組成物の全重量に基づいて、0.5～25%、特に、3～20重量%に相当することを特徴とする、請求の範囲1～5のいずれかに記載の化粧料組成物。

11. ブラッシャー、アイシャドウ、フェイスノーキータップパウダー、香入りボディパウダー、脱臭用ボディパウダー又はフットパウダーとして使用されることを特徴とする、請求の範囲1～12のいずれかに記載の化粧料組成物。